



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11) **EP 0 725 156 A1**

(12) **DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

(43) Date de publication:
07.08.1996 Bulletin 1996/32

(51) Int Cl.⁶: **C22C 38/44, C22C 38/54**

(21) Numéro de dépôt: **96400061.6**

(22) Date de dépôt: **11.01.1996**

(84) Etats contractants désignés:
DE FR GB

(72) Inventeur: **Beguinet, Jean**
F-71200 Le Creusot (FR)

(30) Priorité **31.01.1995 FR 9501079**

(74) Mandataire: **Ventavoli, Roger**
TECHMETAL PROMOTION (Groupe USINOR
SACILOR),
Immeuble " La Pacific ",
11/13 Cours Valmy - La Défense 7,
TSA 10001
92070 Paris La Défense Cédex (FR)

(71) Demandeur: **CREUSOT LOIRE INDUSTRIE**
(Société Anonyme)
F-92800 Puteaux (FR)

(54) **Acier à haute ductilité, procédé de fabrication et utilisation**

(57) Acier à haute résistance mécanique et haute ductilité dont la composition chimique, en poids, comprend de 0,15% à 0,35% de carbone, de 0% à 3% de silicium, de 0% à 3% d'aluminium, de 0,1% à 4,5% de manganèse, de 0% à 9% de nickel, de 0% à 6% de chrome, de 0% à 3% de la somme tungstène divisé par deux plus molybdène, de 0% à 0,5% de vanadium, de 0% à 0,5% de niobium, de 0% à 0,5% de zirconium, au plus 0,3% d'azote et, éventuellement de 0,0005% à 0,005% de Bore, éventuellement de 0,005% à 0,1% de Titane,

éventuellement au moins un élément pris parmi Ca, Se, Te, Bi et Pb en des teneurs inférieures à 0,2%, le reste étant du Fer et des impuretés résultant de l'élaboration; la composition chimique satisfaisant en outre aux relations : $1\% \leq \text{Si} + \text{Al} \leq 3\%$ et $4,6x(\%C) + 1,05x(\%Mn) + 0,54x(\%Ni) + 0,66x(\%Mo + \%W/2) + 0,5x(\%Cr) + K \geq 3,8$, avec $K = 0,5$ lorsque l'acier contient du Bore, $K = 0$ lorsque l'acier ne contient pas de Bore. Procédé pour la fabrication d'une pièce en un tel acier, pièce obtenue et utilisations.

EP 0 725 156 A1

BEST AVAILABLE COPY

Description

La présente invention concerne un acier soudable, ayant une résistance à la traction élevée et une bonne ductilité.

Pour fabriquer des équipements destinés, par exemple, soit à résister à l'abrasion, soit à résister à des chocs concentrés et très énergétiques, on utilise des tôles d'épaisseur supérieure à 8 mm en acier à haute résistance mécanique (résistance à la traction supérieure à 1200 MPa) faiblement allié trempé revenu dont la structure est martensitique ou martensito-bainitique. Les équipements ainsi fabriqués, ont une tenue en service d'autant meilleure que la résistance à la traction de l'acier est élevée, mais aussi que l'énergie de rupture est grande. L'énergie de rupture est d'autant plus grande que la ductilité de l'acier est grande. Cette ductilité est mesurée par le taux d'allongement juste avant striction lors d'un essai de traction (allongement uniforme). Les tôles étant, en général, soudées, l'acier utilisé doit également être soudable. Les aciers faiblement alliés trempés revenus dont la structure est martensitique ou martensito-bainitique permettent de combiner une résistance à la traction élevée et une soudabilité satisfaisante, mais ils ont l'inconvénient de présenter une ductilité très médiocre : l'allongement uniforme devient inférieur à 5% dès que la résistance à la traction dépasse 1200 MPa.

Pour concilier une résistance à la traction élevée et une bonne ductilité, on a proposé d'utiliser des aciers contenant notamment entre 0,5% et 3% de silicium et soumis à un traitement de trempe étagée après soit une austénitisation complète, soit un traitement inter-critique. Cependant, ces aciers et ces traitements thermiques présentent des inconvénients.

Les aciers considérés, soit ne sont pas soudables, soit ne permettent pas d'obtenir une résistance à la traction suffisante, soit enfin ne permettent d'obtenir l'ensemble des caractéristiques souhaitées que sur des tôles minces d'épaisseur sensiblement inférieure à 8 mm.

Le traitement thermique de trempe étagée, comprenant un refroidissement à une vitesse de refroidissement supérieure ou égale à 50°C/s jusqu'à une température de maintien, puis un maintien isotherme à cette température, et enfin, un refroidissement jusqu'à la température ambiante, est bien adapté à des tôles minces ou à des petites pièces de mécanique, mais il est tout à fait inadapté à des tôles épaisses, en particulier lorsqu'elles sont de grande dimension. Refroidir une tôle à une vitesse de refroidissement supérieure à 50°C/s est d'autant plus difficile que la tôle est épaisse, et, du seul fait des lois qui régissent les transferts de chaleur, cela devient même impossible lorsque l'épaisseur de la tôle dépasse 15 mm. De plus, compléter un refroidissement rapide par un maintien isotherme est une opération courante pour de petites pièces de mécanique, par exemple en utilisant un bain de sel, ou pour une bande mince bobinée en sortie de laminier à chaud, mais c'est une opération très malcommode et donc très coûteuse lorsque elle doit être effectuée sur une tôle épaisse de grande dimension.

Les traitements inter-critiques sont également inadaptés à la fabrication de tôles à très haute limite d'élasticité. En effet, ces traitements consistent à porter l'acier à une température intermédiaire entre la température de début d'austénitisation et la température d'austénitisation complète, si bien qu'un tel traitement suivi d'une trempe conduit à des structures mixtes constituées d'un mélange de structures trempées et de ferrite très adoucie. La présence de ferrite très adoucie réduit significativement le niveau de résistance à la rupture qu'il est possible d'obtenir.

Le but de la présente invention est de remédier à ces inconvénients en proposant un acier soudable qui permette de fabriquer de façon industrielle des tôles d'épaisseur supérieure à 8 mm, soudables, ayant une résistance à la traction supérieure à 1200 MPa, et ayant une très bonne ductilité, c'est à dire un taux d'allongement uniforme supérieur à 5%.

A cet effet, l'invention a pour objet un acier dont la composition chimique, en poids, comprend :

$$0,15\% \leq C \leq 0,35\%$$

$$0\% \leq Si \leq 3\%$$

$$0\% \leq Al \leq 3\%$$

$$0,1\% \leq Mn \leq 4,5\%$$

$$0\% \leq Ni \leq 9\%$$

$$0\% \leq Cr \leq 6\%$$

$$0\% \leq Mo + W/2 \leq 3\%$$

$$0\% \leq V \leq 0,5\%$$

$$0\% \leq Nb \leq 0,5\%$$

EP 0 725 156 A1

$$0\% \leq \text{Zr} \leq 0,5\%$$

$$\text{N} \leq 0,3\%$$

5

- éventuellement de 0,0005% à 0,005% de bore,
- éventuellement de 0,005% à 0,1% de titane,
- éventuellement au moins un élément pris parmi Ca, Se, Te, Bi et Pb en des teneurs inférieures à 0,2%.

10 le reste étant du fer et des impuretés résultant de l'élaboration, la composition chimique satisfaisant en outre aux relations :

$$1\% \leq \text{Si} + \text{Al} \leq 3\%$$

et,

15

$$4,6x(\%C) + 1,05x(\%Mn) + 0,54x(\%Ni) + 0,66x(\%Mo + \%W/2)$$

$$+ 0,5x(\%Cr) + K \geq 3,8$$

avec

20

K = 0,5 lorsque l'acier contient du Bore,

K = 0 lorsque l'acier ne contient pas de Bore.

Dans un mode particulier de réalisation, l'analyse chimique est ajustée pour que:

$$0,005\% \leq \text{Ti} \leq 0,1\%$$

25

$$0,01\% \leq \text{Al} \leq 0,5\%$$

$$0,003 \leq \text{N} \leq 0,02\%$$

30

et, lorsque l'acier est à l'état solide, le nombre de précipités de nitrures de titane de taille supérieure à 0,1 µm comptés sur une aire de 1 mm² d'une coupe micrographique, est de préférence inférieure à 4 fois la teneur totale en titane précipité sous forme de nitrures, exprimée en millièmes de % en poids.

De préférence l'acier contient de 0,5% à 3% de chrome, moins de 2% de manganèse, et la teneur en molybdène plus la moitié de la teneur en tungstène est comprise entre 0,1% et 2%.

35

Il est souhaitable que la somme des teneurs en silicium et aluminium soit comprise entre 1,5% et 2,5%, et il est préférable que la teneur en carbone soit comprise entre 0,2% et 0,3%.

De préférence, la composition chimique de l'acier comprend, en poids :

$$0,20\% \leq \text{C} \leq 0,24\%$$

40

$$0\% \leq \text{Si} \leq 2,5\%$$

$$0\% \leq \text{Al} \leq 2,5\%$$

$$1,2\% \leq \text{Mn} \leq 1,7\%$$

45

$$1,5\% \leq \text{Ni} \leq 2,5\%$$

$$0,5\% \leq \text{Cr} \leq 1,5\%$$

50

$$0,1\% \leq \text{Mo} + \text{W}/2 \leq 0,5\%$$

la composition chimique satisfaisant en outre aux relations :

$$1,5\% \leq \text{Si} + \text{Al} \leq 2,5\%$$

et,

55

$$4,6x(\%C) + 1,05x(\%Mn) + 0,54x(\%Ni) + 0,66x(\%Mo + \%W/2)$$

$$+ 0,5x(\%Cr) + K \geq 3,8$$

avec,

$K = 0,5$ lorsque l'acier contient du Bore,

$K = 0$ lorsque l'acier ne contient pas de Bore.

L'invention concerne également un procédé pour la fabrication d'une pièce en acier à haute résistance et haute ductilité selon lequel :

- on élabore un acier conforme à l'invention,
- on coule l'acier et on le fait solidifier sous forme d'un demi-produit,
- on forme par déformation plastique à chaud le demi-produit pour obtenir une pièce en acier,
- on austénitise la pièce par chauffage au dessus de Ac_3 , puis on la refroidit jusqu'à la température ambiante de telle sorte que la vitesse de refroidissement entre la température d'austénitisation et $M_s + 150^\circ C$ soit supérieure à $0,3^\circ C/s$, que le temps de séjour entre $M_s + 150^\circ C$ et $M_s - 50^\circ C$ soit compris entre 5 minutes et 90 minutes, et que la vitesse de refroidissement en dessous de $M_s - 50^\circ C$ soit supérieure à $0,02^\circ C/s$.

Dans un autre mode de réalisation du procédé :

- on élabore un acier conformément à l'invention,
- on coule l'acier et on le fait solidifier sous forme d'un demi-produit,
- on réchauffe le demi-produit à une température inférieure à $1300^\circ C$ et on le met en forme par déformation plastique à chaud de telle façon que la température de fin de mise en forme par déformation plastique à chaud soit supérieure à Ac_3 pour obtenir une pièce en acier,
- on refroidit la pièce en acier jusqu'à la température ambiante de telle sorte que la vitesse de refroidissement entre la température d'austénitisation et $M_s + 150^\circ C$ soit supérieure à $0,3^\circ C/s$, que le temps de séjour entre $M_s + 150^\circ C$ et $M_s - 50^\circ C$ soit compris entre 5 minutes et 90 minutes, et que la vitesse de refroidissement en dessous de $M_s - 50^\circ C$ soit supérieure à $0,02^\circ C/s$.

Dans les deux cas, pour refroidir la pièce jusqu'à la température ambiante, on peut laisser la pièce refroidir à l'air.

L'invention concerne enfin une pièce en acier, et notamment une tôle d'épaisseur supérieure à 8 mm, obtenue par le procédé selon l'invention, dont la résistance à la traction est supérieure à 1200 MPa et la ductilité mesurée par l'allongement uniforme est supérieure à 5%. La structure de la pièce comporte de 5% à 30% et de préférence de 10% à 20% d'austénite résiduelle. Lorsque l'acier contient du titane, sa structure comporte, de préférence, plus de 30% de bainite.

Cette pièce est particulièrement adaptée à la fabrication d'équipements pour mines ou carrières devant résister à l'abrasion, ou à la fabrication de pièces de construction métallique ou de pièces chaudronnées.

L'invention va maintenant être décrite plus en détails mais de façon non limitative.

L'acier selon l'invention est un acier de construction faiblement ou moyennement allié qui permet d'obtenir, par un traitement thermique adapté, une structure mixte constituée de bainite et/ou de martensite, et de 5% à 30%, et de préférence de 10% à 20%, d'austénite fortement chargée en carbone. Les inventeurs ont constaté qu'une telle structure avait l'avantage de combiner une très grande résistance à la traction et une très bonne ductilité, même pour des teneurs en carbone faibles, ce qui permet d'obtenir une bonne soudabilité, mais à condition que l'acier contienne suffisamment d'éléments d'alliage augmentant la trempabilité. L'augmentation de ductilité résulte de l'instabilité de l'austénite qui se transforme en martensite lorsque l'acier subit une déformation plastique. La transformation de l'austénite en martensite, induite par la déformation plastique, a un effet sur le coefficient d'écrouissage qui favorise l'augmentation du taux d'allongement uniforme mesuré lors d'un essai de traction. Pour que cet effet soit significatif, la teneur en austénite de la structure doit être supérieure à 5% et de préférence supérieure à 10% ; cependant cette teneur doit rester inférieure à 30% et de préférence 20% pour éviter de trop réduire la limite d'élasticité.

Pour permettre d'obtenir une résistance à la traction supérieure à 1200 MPa, l'acier doit contenir plus de 0,15% de carbone, et de préférence, plus de 0,2%. Pour éviter de détériorer la soudabilité, la teneur en carbone doit rester inférieure à 0,35%, et de préférence, inférieure à 0,3%. Pour les applications envisagées, la teneur optimale en carbone est comprise entre 0,2% et 0,24%.

Pour favoriser l'enrichissement en carbone de l'austénite pendant le traitement thermique, l'acier doit contenir au moins un élément pris parmi le silicium et l'aluminium. La somme des teneurs en silicium et aluminium doit être supérieure à 1%, et de préférence, supérieure à 1,5%. Cependant, afin d'éviter des difficultés d'élaboration, cette somme doit rester inférieure à 3%, et de préférence, inférieure à 2,5%. Ainsi, les teneurs en aluminium et en silicium sont chacune comprises entre 0% et 3%.

Pour obtenir les propriétés recherchées, et notamment pour permettre de fabriquer dans des conditions satisfaisantes des tôles d'épaisseur supérieure à 8 mm ayant les caractéristiques requises, l'acier doit être suffisamment trempant pour qu'un traitement thermique adapté permette d'obtenir une structure constituée d'austénite et de bainite

inférieure ou de martensite, et qui ne contienne ni de ferrite granulaire ni de ferrite-perlite. Pour cela, l'acier doit contenir au moins un élément pris parmi le manganèse, le nickel, le chrome, le molybdène, le tungstène ou le bore, et sa composition chimique doit satisfaire la relation:

$$4,6x(\%C) + 1,05x(\%Mn) + 0,54x(\%Ni) + 0,66x(\%Mo + \%W/2)$$

$$+ 0,5x(\%Cr) + K \geq 3,8$$

avec

K = 0,5 lorsque l'acier contient du Bore,

K = 0 lorsque l'acier ne contient pas de Bore.

Le manganèse, qui augmente fortement la trempabilité, est également nécessaire en des teneurs supérieures à 0,1% pour obtenir une bonne ductilité à chaud, mais sa teneur doit rester inférieure à 4,5%, et de préférence, inférieure à 2%, pour ne pas trop stabiliser l'austénite. De préférence, la teneur en manganèse doit être comprise entre 1,2% et 1,7%.

Le nickel, qui n'est pas indispensable, augmente la trempabilité et a un effet favorable sur la soudabilité et sur la ténacité à basse température. Mais cet élément est coûteux. De plus, en trop fortes teneurs, il stabilise trop l'austénite. Aussi sa teneur doit rester inférieure à 9%. De préférence, la teneur en nickel doit être comprise entre 1,5% et 2,5%.

Le chrome, le molybdène et le tungstène ne sont pas non plus indispensables, mais ces éléments augmentent la trempabilité et surtout peuvent former des carbures très durcissants.

Au delà de 6% le chrome n'a plus d'effet significatif pour les aciers considérés, aussi sa teneur maximale est limitée à cette valeur. De préférence, la teneur en chrome doit être supérieure à 0,5%, et, de préférence également, inférieure à 3%, et mieux encore, inférieure à 1,5%.

Le tungstène en une teneur quelconque a des effets équivalents à ceux du molybdène en une teneur moitié. Aussi pour ces deux éléments on considère la somme de la teneur en molybdène et de la moitié de la teneur en tungstène.

Au delà de 3% l'effet n'est plus significatif pour les aciers concernés, et cette valeur est un maximum. Bien que ces deux éléments ne soient pas indispensables, il est souhaitable que la somme de la teneur en molybdène et de la moitié de la teneur en tungstène soit supérieure à 0,1%. De préférence, la somme de la teneur en molybdène et de la moitié de la teneur en tungstène doit être inférieure à 2%, et, de préférence, inférieure à 0,5%.

Pour augmenter la trempabilité sans modifier les autres propriétés de l'acier, on peut sans que ce soit obligatoire, ajouter entre 0,0005% et 0,005% de bore.

Afin d'augmenter un peu la dureté, on peut ajouter au moins un élément pris parmi le vanadium, le niobium ou le zirconium, en des teneurs comprises entre 0% et 0,5% pour chacun de ces éléments.

Habituellement, l'acier contient moins de 0,02% d'azote, cependant il peut être souhaitable d'augmenter la teneur en cet élément jusqu'à 0,3% pour apporter un durcissement complémentaire sans nuire à la soudabilité.

Lorsque la structure de l'acier contient plus de 30% de bainite, on peut augmenter sa ténacité en ajoutant entre 0,005% et 0,1% de titane. Pour que cette addition soit efficace, l'acier doit alors contenir entre 0,01% et 0,5% d'aluminium et entre 0,003% et 0,02% d'azote, de plus, le titane doit être ajouté dans l'acier de façon très progressive pour limiter la précipitation de gros nitrures de titane dans l'acier liquide. Pour cela, on peut, par exemple, recouvrir l'acier liquide non désoxydé par un laitier, ajouter du titane dans le laitier, puis ajouter l'aluminium dans l'acier liquide, et enfin, brasser avec un gaz neutre. On obtient ainsi un acier qui, à l'état solide, est tel que le nombre de précipités de nitrures de titane de taille supérieure à 0,1 µm comptés sur une aire de 1 mm² d'une coupe micrographique, est inférieure à 4 fois la teneur totale en titane précipité sous forme de nitrures de titane, exprimée en millièmes de % en poids. Lorsque le titane est sous cette forme dans l'acier, il affine considérablement la structure et la sous structure bainitique. Ceci a pour effet d'abaisser d'au moins 30°C la température de transition en résilience et d'augmenter significativement la résilience à la température ambiante, lorsque la structure de l'acier comporte au moins 30% de bainite.

Enfin, pour améliorer la ténacité ou pour améliorer l'usinabilité, on peut ajouter au moins un élément pris parmi le calcium, le sélénium, le tellure, le bismuth ou le plomb, en des teneurs inférieures à 0,2%.

Le reste de la composition chimique de l'acier est constitué par du fer et par des impuretés résultant de l'élaboration.

Dans un mode préféré de réalisation, l'acier contient de 0,2% à 0,24% de carbone, de 1,5% à 2,5% de silicium plus aluminium, de 1,2% à 1,7% de manganèse, de 1,5% à 2,5% de nickel, de 0,5% à 1,5% de chrome, de 0,1% à 0,5% de molybdène, éventuellement de 0,0005% à 0,005% de bore, éventuellement de 0,005% à 0,1% de titane introduit comme indiqué ci dessus.

Avec l'acier ainsi défini on peut fabriquer des pièces en acier, et notamment des tôles d'épaisseur supérieure à 8 mm, dont la résistance à la traction est supérieure à 1200 MPa et dont l'allongement uniforme est supérieur à 5%. Pour cela, on élabore un acier liquide conforme à l'invention, on le coule et on le fait se solidifier sous forme d'un demi produit qu'on met en forme par déformation plastique à chaud, par exemple par laminage ou par forgeage, et qu'on le soumet à un traitement thermique constitué par :

- une austénitisation à une température supérieure à la température Ac_3 de complète austénitisation de l'acier;
- suivi d'un refroidissement jusqu'à la température ambiante dans des conditions telles que la vitesse de refroidissement entre la température d'austénitisation et la température égale à $M_s + 150^\circ C$, et de préférence $M_s + 100^\circ C$, (M_s est la température de début de transformation martensitique) soit supérieure à $0,3^\circ C/s$, et telles que le temps de passage entre $M_s + 150^\circ C$, et de préférence $M_s + 100^\circ C$, et $M_s - 50^\circ C$, et de préférence M_s , soit compris entre 5 minutes et 90 minutes, et de préférence, entre 15 minutes et 50 minutes. Le refroidissement jusqu'à la température ambiante doit se faire à une vitesse de refroidissement supérieure à $0,02^\circ C/s$ pour éviter un adoucissement excessif de la martensite.

Ce traitement thermique permet d'obtenir une structure constituée de martensite et/ou de bainite inférieure peu adoucies et de 5% à 30% d'austénite résiduelle fortement enrichie en carbone. En particulier, le passage lent au voisinage de M_s permet l'enrichissement en carbone de l'austénite. Il doit donc être suffisamment long, mais pas trop pour ne pas trop adoucir la structure.

Le traitement thermique peut être fait soit dans la chaude de mise en forme par déformation plastique à chaud, soit après cette opération.

Lorsque le traitement thermique est fait dans la chaude de mise en forme par déformation plastique à chaud, le demi produit doit être réchauffé avant déformation plastique à une température supérieure à Ac_3 et inférieure à $1300^\circ C$ pour éviter un grossissement excessif du grain austénitique, et la déformation plastique (le laminage par exemple) doit se terminer préférentiellement au dessus de Ac_3 pour éviter que la transformation ferrito-perlitique ne commence.

Dans tous les cas, le refroidissement jusqu'à une température voisine de M_s , réalisé à une vitesse de refroidissement supérieure $0,3^\circ C/s$, peut être effectué, par exemple, par un arrosage contrôlé avec de l'eau. Le passage lent au voisinage de M_s peut alors être obtenu par un refroidissement à l'air qui peut servir également de refroidissement jusqu'à la température ambiante. Cependant, le refroidissement jusqu'à la température ambiante, qui suit le passage lent au voisinage de M_s , peut être réalisé avantageusement par refroidissement à l'eau afin de limiter le plus possible l'auto revenu de la structure obtenue.

Lorsque la massivité du produit s'y prête, le refroidissement jusqu'au voisinage de M_s , le passage lent au voisinage de M_s et le refroidissement jusqu'à l'ambiante peuvent être réalisés directement par un refroidissement à l'air. C'est le cas notamment, lorsque le produit est une tôle d'épaisseur au moins égale à 30 mm. On peut également traiter par refroidissement à l'air des tôles d'épaisseur inférieure à 30 mm, en empilant plusieurs tôles de façon à former un paquet d'épaisseur supérieure à 30 mm.

Lorsque le traitement thermique est effectué après la mise en forme par déformation plastique à chaud et retour à la température ambiante du produit, le produit doit être austénitisé par réchauffage au dessus de Ac_3 afin d'obtenir une austénitisation complète, puis il peut être refroidi soit de la même façon que lorsque le traitement thermique est effectué dans la chaude de mise en forme, soit par tout moyen adapté pour réaliser le cycle thermique recommandé.

A titre d'exemple, on a réalisé des tôles de 20 mm d'épaisseur avec les aciers A et C selon l'invention, et à titre de comparaison, avec l'acier B selon l'art antérieur.

Les compositions chimiques de ces aciers étaient, en millièmes de % en poids:

| | C | Si | Al | Mn | Ni | Cr | Mo | B | Ti |
|---|-----|------|----|------|------|------|-----|-----|----|
| A | 215 | 2050 | 65 | 1430 | 2044 | 1020 | 210 | 2,7 | 0 |
| B | 252 | 395 | 67 | 1570 | 660 | 1615 | 207 | 2,9 | 0 |
| C | 219 | 1994 | 27 | 1447 | 2020 | 1008 | 203 | 2,6 | 23 |

Le titane de l'acier C a été introduit conformément à l'invention.

Les traitements thermiques auxquels ont été soumis les tôles ont tous comporté une austénitisation de 30 minutes à $900^\circ C$ suivie de :

- acier A, premier exemple conforme à l'invention : refroidissement à l'air de deux tôles empilées (épaisseur du bloc 40 mm),
- acier A, deuxième exemple conforme à l'invention : refroidissement à l'air d'une tôle avec palier de 20 minutes à $338^\circ C$ ($M_s + 20^\circ C$), refroidissement à l'air jusqu'à l'ambiante,
- acier C, exemple conforme à l'invention : refroidissement à l'air de deux tôles empilées (épaisseur du bloc 40 mm),
- acier B, selon l'art antérieur, refroidissement à l'air d'une tôle.

Les caractéristiques mécaniques obtenues ont été les suivantes:

| | Rm | Re | allongement | | Kcv | austénite |
|-----------|------|------|-------------|-------|-------------------|------------|
| | MPa | MPa | uniforme | total | J/cm ² | résiduelle |
| A 1er | 1487 | 769 | 8,7% | 16,5% | 45 | 12% |
| A 2ème | 1442 | 743 | 9,5% | 17,7% | 49 | 13% |
| B art ant | 1492 | 1045 | 3,2% | 9,9% | 61 | 3,5% |
| C | 1483 | 775 | 8,9% | 16,5% | 74 | 12% |

Toujours à titre d'exemple, on a réalisé des tôles de 20 mm d'épaisseur avec les aciers D et F selon l'invention, et à titre de comparaison avec les aciers E et G selon l'art antérieur.

Les compositions chimiques de ces aciers étaient, en millièmes de pour-cent en poids :

| | C | Si | Al | Mn | Ni | Cr | Mo | B |
|---|-----|-----|------|------|------|------|-----|-----|
| D | 303 | 880 | 1050 | 195 | 4110 | 559 | 175 | 0 |
| E | 357 | 380 | 27 | 1450 | 1546 | 685 | 223 | 0 |
| F | 152 | 928 | 954 | 1475 | 2536 | 1047 | 215 | 2,8 |
| G | 182 | 351 | 23 | 1492 | 254 | 1717 | 176 | 0 |

Les tôles réalisées avec les aciers D, E et G ont été austénitisées à 900°C pendant 30 minutes, puis,

- pour l'acier D, deux tôles de 20 mm d'épaisseur, empilées, ont été refroidies à l'air,
- pour E et G, une tôle de 20 mm d'épaisseur a été refroidie à l'air.

Avec l'acier F dans lequel le titane a été introduit conformément à l'invention, on a réalisé une tôle de 40 mm d'épaisseur traitée dans la chaude de laminage. Un lingot a été chauffé à 1200°C puis laminé, la température de fin de laminage a été supérieure à 950°C ; après laminage la tôle a été refroidie à l'air.

Les caractéristiques mécaniques obtenues ont été :

| | | Rm | Re | allongement | |
|---|---------------|------|------|-------------|--------|
| | | Mpa | Mpa | uniforme | total |
| D | invention | 1945 | 997 | 5,8% | 12,1 % |
| E | art antérieur | 1930 | 1490 | 1,8% | 7,4% |
| F | invention | 1259 | 645 | 10,1% | 18,1% |
| G | art antérieur | 1262 | 951 | 4,1% | 11,9% |

Ces exemples font apparaître l'augmentation de ductilité apportée par l'invention ainsi que l'effet favorable du titane sur la résilience (exemple C).

On constate sur tous ces exemples que, à résistance à la traction comparable, les aciers selon l'invention ont des allongements uniformes au moins 2,5 fois plus élevés que ceux des aciers selon l'art antérieur.

Sur la tôle réalisée avec l'acier A on a, également, fait un essai de déformation dynamique en compression à la vitesse de 10⁴s⁻¹ et on a constaté une consolidation comparable à celle d'une tôle selon l'art antérieur dont la dureté statique est de 500 Hb alors que la dureté-statique de la tôle selon l'invention n'est que de 400 HB.

Du fait de sa très bonne ductilité associée à une très haute résistance mécanique, l'acier selon l'invention est particulièrement bien adapté à la fabrication

- de pièces résistant à l'usure abrasive pour équipements utilisés notamment dans l'industrie minérale (en particulier, mines, carrières, cimenteries) ou dans les travaux publics telles que dents, tôles, lames, racloirs, cribles, marteaux de dispositifs d'abattage, de concassage, de broyage, de criblage, de pelletage, de nivelage ou de transport ;
- de tôles soumises à des chocs intenses ou à des impacts concentrés et très énergétiques ;
- de pièces pour les constructions métalliques ou chaudronnées soumises à un formage à froid important et/ou exigeant une sécurité élevée en service favorisée par une valeur réduite du rapport Re/Rm et une déformabilité avant striction importante ; par exemple : réservoirs sous pression, charpentes métalliques, flèches de grue, et plus généralement, pièces résistantes soumises à un emboutissage ou à un étirement à froid ou à température modérée.

Ces pièces sont notamment des tôles d'épaisseur supérieure à 8 mm.

Revendications

1. Acier caractérisé en ce que sa composition chimique comprend, en poids :

$$0,15\% \leq C \leq 0,35\%$$

$$0\% \leq Si \leq 3\%$$

$$0\% \leq Al \leq 3\%$$

$$0,1\% \leq Mn \leq 4,5\%$$

$$0\% \leq Ni \leq 9\%$$

$$0\% \leq Cr \leq 6\%$$

$$0\% \leq Mo + W/2 \leq 3\%$$

$$0\% \leq V \leq 0,5\%$$

$$0\% \leq Nb \leq 0,5\%$$

$$0\% \leq Zr \leq 0,5\%$$

$$N \leq 0,3\%$$

- éventuellement de 0,0005% à 0,005% de Bore,
- éventuellement de 0,005% à 0,1% de Titane,
- éventuellement au moins un élément pris parmi Ca, Se, Te, Bi et Pb en des teneurs inférieures à 0,2%,

le reste étant du Fer et des impuretés résultant de l'élaboration, la composition chimique satisfaisant en outre aux relations :

$$1\% \leq Si + Al \leq 3\%$$

et,

$$4,6x(\%C) + 1,05x(\%Mn) + 0,54x(\%Ni) + 0,66x(\%Mo + \%W/2)$$

$$+ 0,5x(\%Cr) + K \geq 3,8$$

avec,

K = 0,5 lorsque l'acier contient du Bore,

K = 0 lorsque l'acier ne contient pas de Bore.

2. Acier selon la revendication 1 caractérisé en ce que :

$$0,005\% \leq Ti \leq 0,1\%$$

$$0,01\% \leq Al \leq 0,5\%$$

$$0,003 \leq N \leq 0,02\%$$

et en ce que, à l'état solide, le nombre de précipités de nitrures de titane de taille supérieure à 0,1 μm , comptés sur une aire de 1mm² d'une coupe micrographique, est inférieure à 4 fois la teneur totale en titane précipité sous forme de nitrures, exprimée en millièmes de % en poids.

3. Acier selon la revendication 1 ou la revendication 2 caractérisé en ce que :

$$0,5\% \leq \text{Cr} \leq 3\%$$

$$0,1\% \leq \text{Mo} + \text{W}/2 \leq 2\%$$

$$\text{Mn} \leq 2\%$$

4. Acier selon la revendication 1, la revendication 2 ou la revendication 3 caractérisé en ce que :

$$1,5\% \leq \text{Si} + \text{Al} \leq 2,5\%$$

5. Acier selon l'une quelconque des revendications 1 à 4 caractérisé en ce que,

$$0,2\% \leq \text{C} \leq 0,3\%$$

6. Acier selon l'une quelconque des revendication 1 à 5 caractérisé en ce que sa composition chimique comprend, en poids :

$$0,20\% \leq \text{C} \leq 0,24\%$$

$$0\% \leq \text{Si} \leq 2,5\%$$

$$0\% \leq \text{Al} \leq 2,5\%$$

$$1,2\% \leq \text{Mn} \leq 1,7\%$$

$$1,5\% \leq \text{Ni} \leq 2,5\%$$

$$0,5\% \leq \text{Cr} \leq 1,5\%$$

$$0,1\% \leq \text{Mo} + \text{W}/2 \leq 0,5\%$$

la composition chimique satisfaisant en outre aux relations :

$$1,5\% \leq \text{Si} + \text{Al} \leq 2,5\%$$

et

$$4,6x(\% \text{C}) + 1,05x(\% \text{Mn}) + 0,54x(\% \text{Ni}) + 0,66x(\% \text{Mo} + \% \text{W}/2)$$

$$+ 0,5x(\% \text{Cr}) + K \geq 3,8$$

avec

K = 0,5 lorsque l'acier contient du Bore,

K = 0 lorsque l'acier ne contient pas de Bore.

7. Procédé pour la fabrication d'une pièce en acier à haute résistance et haute ductilité caractérisé en ce que :

- on élabore un acier selon l'une quelconque des revendications 1 à 6,
- on coule l'acier et on le fait solidifier sous forme d'un demi-produit,
- on forme par déformation plastique à chaud le demi-produit pour obtenir une pièce en acier,
- on austénitise la pièce par chauffage au dessus de $\text{Ac}_3^\circ\text{C}$ puis on la refroidit jusqu'à la température ambiante de telle sorte que la vitesse de refroidissement entre la température d'austénitisation et $\text{M}_s + 150^\circ\text{C}$ soit supérieure à $0,3^\circ\text{C/s}$, que le temps de séjour entre $\text{M}_s + 150^\circ\text{C}$ et $\text{M}_s - 50^\circ\text{C}$ soit compris entre 5 minutes et 90 minutes, et que le refroidissement jusqu'à la température ambiante soit supérieur à $0,02^\circ\text{/s}$.

8. Procédé pour la fabrication d'une pièce en acier à haute résistance et haute ductilité caractérisé en ce que :

- on élabore un acier selon l'une quelconque des revendications 1 à 6,
- on coule l'acier et on le fait solidifier sous forme d'un demi-produit,
- on réchauffe le demi-produit à une température inférieure à 1300°C et on le met en forme par déformation

plastique à chaud pour obtenir une pièce en acier, de telle façon que la température de fin de déformation plastique à chaud soit supérieure à A_{c3} .

- on refroidit la pièce en acier jusqu'à la température ambiante de telle sorte que la vitesse de refroidissement entre la température d'austénitisation et $M_s + 150^\circ\text{C}$ soit supérieure à $0,3^\circ\text{C/s}$, que le temps de séjour entre $M_s + 150^\circ\text{C}$ et $M_s - 50^\circ\text{C}$ soit compris entre 5 minutes et 90 minutes et, que le refroidissement jusqu'à la température ambiante soit supérieur à $0,02^\circ/\text{s}$.

9. Procédé selon la revendication 7 ou la revendication 8 caractérisé en ce que pour refroidir la pièce depuis la température d'austénitisation jusqu'à la température ambiante, on laisse la pièce refroidir à l'air.

10. Pièce en acier obtenue par le procédé selon l'une quelconque des revendications 7 à 9 caractérisée en ce que sa résistance à la traction est supérieure à 1200 MPa et sa ductilité mesurée par l'allongement uniforme est supérieure à 5%.

11. Pièce en acier selon la revendication 10 caractérisée en ce que sa structure comporte au moins 30% de bainite.

12. Pièce selon la revendication 10 ou la revendication 11 caractérisée en ce qu'elle est une tôle d'épaisseur supérieure à 8 mm.

13. Utilisation d'un acier selon l'une quelconque des revendications 1 à 6 pour la fabrication de pièces d'équipements pour l'industrie minérale ou les travaux publics, devant résister à l'abrasion, ou pour la fabrication de pièces de construction métallique ou de pièces chaudronnées.



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numero de la demande
EP 96 40 0061

| DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS | | | |
|---|---|---|---|
| Categorie | Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes | Revendication concernée | CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int.Cl.6) |
| A | US-A-2 791 500 (FOLEY ET AL.) * le document en entier * | 1-6 | C22C38/44 C22C38/54 |
| A | FR-A-1 443 519 (SUMITOMO METAL INDUSTRIES LTD.) * le document en entier * | 1-6 | |
| A | FR-A-1 342 845 (REPUBLIC STEEL CORPORATION) * le document en entier * | 1-9 | |
| | | | DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.Cl.6) |
| | | | C22C |
| Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications | | | |
| Lieu de la recherche LA HAYE | | Date d'achèvement de la recherche 22 Avril 1996 | Examinateur Lippens, M |
| <p>CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES</p> <p>X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire</p> <p>T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons d : membre de la même famille, document correspondant</p> | | | |

EPO FORM 150 (01/92) (P04C02)

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.